

05.4;11;12

Особенности получения и свойства тонких пленок высокотемпературного сверхпроводника Y–Ba–Cu–O, не содержащих вторичных фаз

© А.К. Воробьев, Н.В. Востоков, С.В. Гапонов,
Ю.Н. Дроздов, Е.Б. Ключенков, Ю.Н. Ноздрин

Институт физики микроструктур РАН, Н. Новгород
E-mail: vorobyev@ipm.sci-nnov.ru

Поступило в Редакцию 13 октября 2000 г.

Приводятся результаты исследований структурных и транспортных свойств тонких пленок высокотемпературного сверхпроводника Y–Ba–Cu–O, полученных в магнетронной напылительной системе 90° off-axis конфигурации из стехиометрической мишени. Показано, что исследуемые пленки не содержат частиц вторичных фаз, обогащенных медью. Шероховатость поверхности пленок < 10 nm. Вместе с тем пленки обладают высокими структурными и сверхпроводящими свойствами: разориентация оси c микроблоков $\text{FWHM}(005)\text{YBCO} = 0.4\text{--}0.5^\circ$, температура нуля сопротивления $T_{co} = 89$ K, плотность критического тока $j_p = 1.5\text{--}2$ MA/cm² при 77 K.

В ряде работ [1–4] показано, что тонкие пленки высокотемпературного сверхпроводника Y–Ba–Cu–O (YBCO) с наиболее высокими транспортными свойствами (температура нуля сопротивления $T_{co} > 90$ K, плотность критического тока $j_c > 2$ MA/cm² при 77 K и поверхностное СВЧ сопротивление $R_s < 1.0$ m Ω при 77 K и 10 GHz) получаются при сильном (до 100%) обогащении конденсата медью и иттрием. При этом формируется гетерогенная система, состоящая из пленки стехиометрической фазы 1–2–3 и частиц вторичных фаз CuO и Y₂O₃. Частицы вторичной фазы CuO имеют полусферическую форму, их типичные размеры — 0.5 μ m, концентрация — 10⁸ cm⁻². Поэтому наличие CuO-частиц является серьезной проблемой реализации многослойных приборных структур. Кроме того, CuO-частицы вносят заметный вклад в потери на СВЧ [5] и, следовательно, снижают параметры СВЧ-устройств. YBCO-пленки, полученные в области

стехиометрии интегрального катионного состава (1–2–3), не содержат частиц вторичных фаз, но обладают более низкими транспортными свойствами ($T_{co} < 88$ К, $j_c < 2$ МА/см² и $R_s > 2$ мΩ). Этот эффект наблюдается независимо от метода получения YBCO-пленок (лазерное, магнетронное и электронно-лучевое напыление, металлоорганический синтез). Предполагается, что ухудшение транспортных свойств YBCO-пленок в области стехиометрии происходит вследствие катионного разупорядочения в элементарной ячейке YBCO (замещение атомов Ва–Y [1] и формирование вакансий атомов Cu [4]).

Таким образом, в настоящее время является весьма актуальной задача получения монофазных YBCO-пленок с высокими электрическими параметрами.

В данной работе приводятся результаты исследований особенностей получения и свойств тонких пленок YBCO, не содержащих вторичных фаз, обогащенных медью.

Ранее авторами были детально исследованы процессы, формирующие катионный состав YBCO-пленок в ходе *in situ* роста в инвертированной цилиндрической магнетронной распылительной системе (ICMS) [6–9]. Массоперенос в объеме мишени, селективное реиспарение и десорбция YBCO-компонентов с подложки и окружающих элементов конструкции приводят к тому, что пленки, получаемые в ICMS-системе, обогащены медью и иттрием (в диапазоне составов Cu/Ba = 2 – 3.5, Cu/Y = 2.6–4).

Для исключения факторов, нарушающих воспроизводимость состава мишени в YBCO-пленке, авторами была сконструирована магнетронная напылительная система 90° off-axis конфигурации на основе планарного магнетрона, аналогичная описанной в [10]. Такая конструкция позволяет использовать достаточно тонкие мишени, что улучшает теплоотвод и исключает массоперенос в объеме мишени. Кроме того, в пространстве мишень–подложка отсутствуют элементы конструкции, которые, запыляясь, могут становиться вторичными источниками YBCO-компонентов.

Схематическое изображение системы напыления представлено на рис. 1. В данной работе использовалась дисковая мишень стехиометрического состава YBa₂Cu₃O₇ диаметром 60 мм и толщиной 3 мм, изготовленная на Пышминском опытном заводе "Гиредмет" (марка КИБ-1, ТУ 48-0531-390-88). Диаметр зоны эрозии ~ 25 мм. Использовался контактный нагрев подложек через эвтектику In–Ga. Отличительной особенностью конструкции является наличие кварцевого экрана (8),

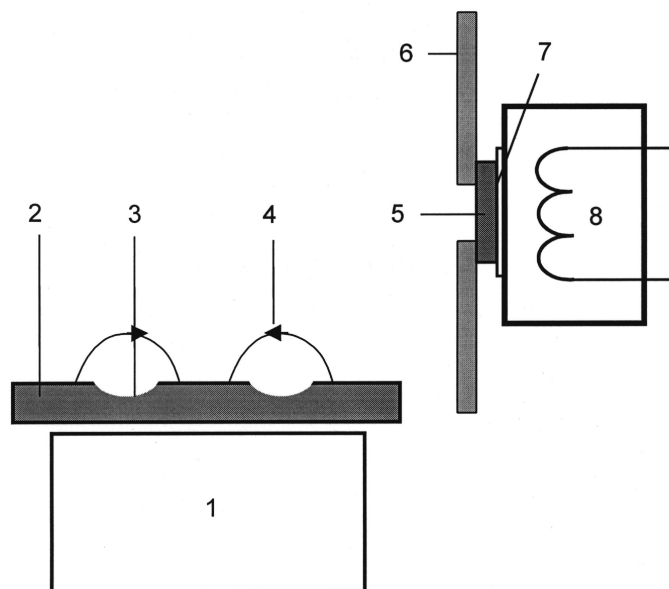


Рис. 1. Схематическое изображение магнетронной напылительной системы 90° off-axis конфигурации: 1 — катодный узел магнетрона; 2 — мишень; 3 — зона эрозии мишени; 4 — линии индукции магнитного поля; 5 — подложка; 6 — кварцевый экран; 7 — эвтектика In-Ga; 8 — нагреватель подложек.

который закрывает потоки YBCO-компонентов, реиспаряющихся с периферийных частей нагревателя. Температура экрана ниже температуры подложки на $200\text{--}250^\circ\text{C}$.

YBCO-пленки, исследованные в данной работе, были получены *in situ* при следующих условиях: подложки NdGaO_3 размером 10×10 mm; температура подложки 680°C ; давление рабочего газа (смесь Ar/O_2 в соотношении 1/1) 20 Pa; напряжение на мишени 155 V; ток разряда 400 mA. После напыления в рабочую камеру напускался кислород до давления 1 atm. Скорость напыления составила ~ 120 nm/h. Исследовались пленки толщиной ~ 100 nm.

На серии образцов из 5 штук были исследованы поверхностная морфология, микроструктура, электрические и магнитные свойства.

Рельеф поверхности пленок исследовался с помощью атомно-силового микроскопа (АСМ) "Solver-P4" фирмы NT-MDT (Зеленоград, Россия) в контактном режиме. На рис. 2, *a* представлено АСМ-изображение рельефа поверхности одного из образцов. На изображении хорошо видна микроблочная структура YBCO-пленок. Размер блоков $\sim 0.5 \mu\text{m}$. Стрелкой отмечены *a*-ориентированные YBCO-домены, небольшое количество которых, как правило, присутствует в YBCO-пленках на подложках NdGaO₃ [11]. Важно, что какие-либо вторичные фазы, обогащенные медью, на изображении отсутствуют. Шероховатость поверхности пленок $< 10 \text{ nm}$. Для сравнения на рис. 2, *b* представлено изображение поверхности YBCO-пленки, полученной авторами ранее в ICMS-системе [12]. Видны частицы вторичной фазы CuO, имеющие полусферическую форму. Размер CuO-частиц $\sim 0.2 \mu\text{m}$.

Анализ микроструктуры YBCO-пленок был проведен на дифрактометре ДРОН-4, оснащенный гониометрической приставкой ГП-3, модифицированной для работы с монокристаллическими слоями. Использовалось CuK_α -излучение. Измерялась полуширина кривой качания FWHM симметричного отражения (005), характеризующая разориентацию оси *c* в блоках мозаики. Для всех образцов величина FWHM (005)YBCO находилась в пределах $0.39\text{--}0.47^\circ$, что соответствует качественным YBCO-пленкам.

Значения температур начала T_{con} и конца T_{co} сверхпроводящего перехода и параметр γ (отношение сопротивлений при 300 и 100 К) YBCO-пленок определялись по температурной зависимости сопротивления в области перехода на постоянном токе $100 \mu\text{A}$ компенсационным методом. Температура регистрировалась термодатчиком ТПК 20.1 с точностью $\pm 0.5 \text{ K}$. Критерием T_{co} являлось значение электрического поля $1 \mu\text{V/cm}$. Параметр γ характеризует качество межгранульных связей [13]. В качественных YBCO-пленках γ находится в диапазоне $2.7\text{--}3.0$. Для всех исследованных образцов $T_{con} = 91 \text{ K}$, $T_{co} = 89 \text{ K}$ и $\gamma = 2.7$.

Магнитные свойства образцов исследовались по методике, представленной в [14]. При помощи сканируемого датчика Холла на основе InSb измерялось распределение магнитной индукции в образце после выключения внешнего поля. На основе модели критического состояния, описанной в [15], по максимальному значению магнитной индукции рассчитывалось значение тока пиннинга j_p . Для всех образцов значения

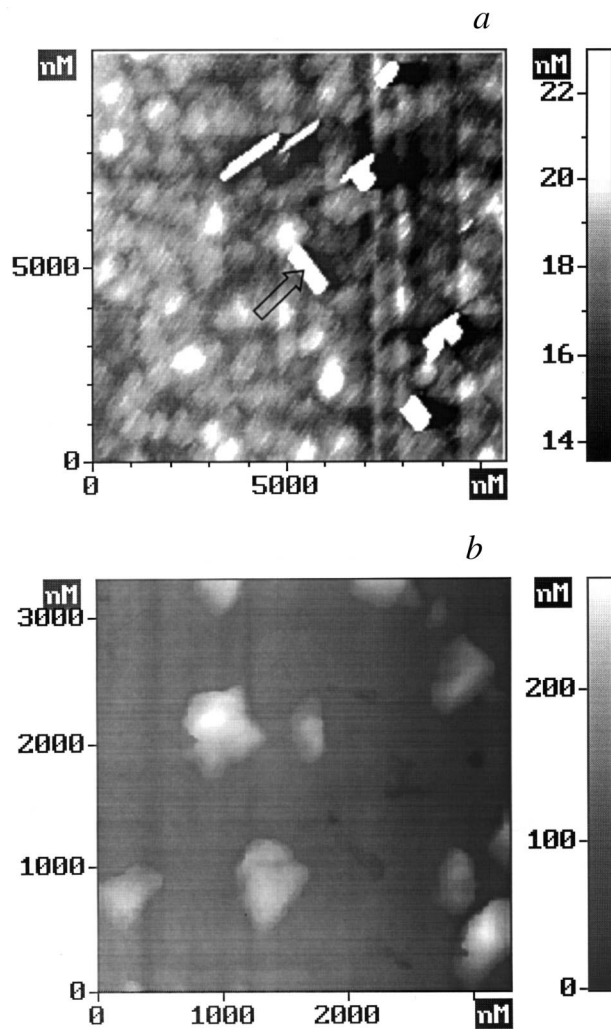


Рис. 2. *a* — АСМ-изображение поверхности YBCO-пленки, полученной в магнетронной напылительной системе 90° off-axis конфигурации. Стрелкой отмечены *a*-ориентированные YBCO-домены; *b* — АСМ-изображение поверхности YBCO-пленки, полученной в инвертированной цилиндрической магнетронной напылительной системе [12].

j_p находились в пределах 1.5–2.0 MA/cm² при 77 К. Для одного из образцов $j_p = 2.0 \cdot 10^7$ A/cm² при 4.2 К.

На основе полученных результатов можно сделать следующие выводы. В данной системе напыления 90° off-axis конфигурации обеспечивается, по-видимому, достаточно точное соответствие состава пленки составу мишени, в результате чего при распылении стехиометрической YBCO-мишени формируются YBCO-пленки интегрально-стехиометрического состава 1–2–3. Такие YBCO-пленки не содержат частиц вторичных фаз, обогащенных медью. Электрические параметры YBCO-пленок ($T_{con} = 91$ К, $T_{co} = 89$ К, $\gamma = 2.7$, $j_p = 1.5 - 2.0$ MA/cm² при 77 К и $j_p = 2.0 \cdot 10^7$ A/cm² при 4.2 К) выше значений, полученных другими исследователями в области стехиометрии. Можно предположить, что при росте YBCO-пленок при данных условиях процессы катионного разупорядочения ослаблены. Планируется провести дальнейшие эксперименты с мишенями различных составов для исследования влияния катионного состава на свойства YBCO-пленок и установления механизмов такого влияния. YBCO-пленки, полученные по данной технологии, являются пригодными для создания высококачественных СВЧ-устройств и многослойных приборов магнитометрии.

Работа выполнена в рамках федеральной программы "Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития науки и техники гражданского назначения" (гос. контракт № 107–3(00)–П), а также при поддержке программы "Фундаментальные исследования и высшее образование" и Центра сканирующей зондовой микроскопии ННГУ.

Список литературы

- [1] Schulte B., Maul M., Häussler P. et al. // Appl. Phys. Lett. 1993. V. 62 (6). P. 633–635.
- [2] Hudner J., Thomas O., Mossang E. et al. // J. Appl. Phys. 1993. V. 74 (7). P. 4631–4642.
- [3] Chew N.G., Edwards J.A., Humphreys R.G. et al. // IEEE Trans. on Appl. Supercond. 1995. V. 5. N 2. P. 1167–1172.
- [4] Yoshitake T., Hattori W., Tahara S. // IEEE Trans. on Appl. Supercond. 1999. V. 9. N 2. P. 3058–3061.
- [5] Liu J.Z., Tian Y.J., Li L. et al. // J. Appl. Phys. 1995. V. 77 (3). P. 1165–1170.
- [6] Drozdov Y.N., Gaponov S.V., Gusev S.A. et al. // ISEC'97 Extended Abstract Book 1997. V. 2. P. 49–51.

- [7] Воробьев А.К., Гапонов С.В., Дроздов М.Н. и др. // Письма в ЖТФ. 1998. Т. 24. В. 24. С. 13–17.
- [8] M.N. Drozdov, S.V. Gaponov, S.A. Gusev et al. // IEEE Trans. on Appl. Supercond. 1999. V. 9. N 2. P. 2371–2374.
- [9] Воробьев А.К., Гапонов С.В., Дроздов М.Н. и др. // Физика твердого тела. 2000. Т. 42. В. 4. С. 589–594.
- [10] Rao R.A., Gan Q., Eom C.B. et al. // Appl. Phys. Lett. 1996. V. 69 (25). P. 3911–3913.
- [11] Julia M. Philips // J. Appl. Phys. 1996. 79 (4). P. 1829–1848.
- [12] Vorobiev A.K., Drozdov Y.N., Gusev S.A. et. al. // Supercond. Sci. Technol. 1999. 12. P. 908–911.
- [13] Cukauskas E.J., Allen L.H., Sherrill G.K. et al. // J. Appl. Phys. 1993. V. 74 (11). P. 6780–6787.
- [14] Nozdrin Yu.N., A.S. Mel'nikov, Tokman I.D. et al. // IEEE Trans. on Appl. Supercond. 1999. V. 9. N 2. P. 1602–1605.
- [15] Mikheenko P.N., Kuzovlev Yu.E. // Physica C. 1993. V. 24. P. 229–236.